

OR



Eur päisches Pat ntamt

European Pat nt Offic

Offi européen d s br v ts



(11)

EP 0 796 817 A2

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(43) Date de publication:

24.09.1997 Bulletin 1997/39

(51) Int Cl.⁶: **C01B 15/10**

(21) Numéro de dépôt: **97400401.2**

(22) Date de dépôt: **24.02.1997**

(84) Etats contractants désignés:

AT BE CH DE DK ES FR GB GR IT LI LU NL SE

(30) Priorité: **19.03.1996 FR 9603397**

(71) Demandeur: **ELF ATOCHEM S.A.**

92800 Puteaux (FR)

(72) Inventeurs:

- **Bossoutrot, Jean-Michel**
69230 ST Genis Laval (FR)
- **Garcia, François**
69530 Brignais (FR)

(54) **Percarbonate de sodium et son procédé d'obtention**

(57) L'invention concerne un nouveau percarbonate de sodium sous forme d'agglomérats de petits cristaux.

Elle a également pour objet un procédé de fabrication continue de percarbonate de sodium en lit fluidisé.

EP 0 796 817 A2

D scription

La présente invention concerne un nouveau percarbonate de sodium, de formule globale $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 1,5 \text{H}_2\text{O}_2$ et un procédé pour le fabriquer.

Le percarbonate de sodium connu à ce jour est soit :

- un monocristal en forme de prisme hexagonal de masse volumique comprise entre 0,9 et 1 g/cm³ (FR 2 318 112) soit
- un monocristal en forme de rhomboèdre régulier (FR 2 355 774) soit
- une granule creuse de masse volumique apparente voisine de 0,4 g/cm³ et de diamètre moyen voisin de 480 µm (FR 2 486 056) soit
- sous forme de grain compact de granulométrie moyenne voisine de 450 µm (BE 859 155).

Il a maintenant été trouvé un percarbonate de sodium de très haute qualité, constitué de petits cristaux agglomérés. La taille de ces petits cristaux est en général comprise entre environ 1 et environ 100 µm et de préférence comprise entre environ 5 et environ 20 µm.

Le percarbonate de sodium de la présente invention constitué d'agglomérats de petits cristaux de percarbonate de sodium est caractérisé par une très bonne résistance à l'attrition, avec de préférence une perte pondérale en fines inférieure à 1 % suivant le test de la norme ISO 5937 (méthode de friabilité en lit fluide).

Le percarbonate de sodium sous forme d'agglomérats selon l'invention a une masse volumique apparente supérieure à environ 0,6 g/cm³ et de préférence comprise entre environ 0,75 g/cm³ et environ 1,1 g/cm³.

Les agglomérats de percarbonate de sodium de l'invention présentent l'avantage de se dissoudre rapidement. Ainsi le temps nécessaire pour obtenir la dissolution de 90 % de 2 g d'agglomérats de percarbonate de sodium introduits dans un litre d'eau est en général inférieur ou égal à 90 secondes à 15° C et de préférence compris entre 40 et 70 secondes.

Le percarbonate de sodium conforme à l'invention est formé d'agglomérats dont la granulométrie moyenne varie avec les conditions choisies pour les fabriquer.

Ces dernières décrites plus loin, permettent d'obtenir des agglomérats dont la granulométrie peut être comprise entre des limites aussi éloignées qu'environ 160 µm et environ 1 400 µm avec une répartition granulométrique particulièrement resserrée. Par exemple, dans le cas d'agglomérats de granulométrie moyenne égale à environ 765 µm, généralement au moins 85 % sont de dimension comprise entre environ 480 µm et environ 1 400 µm.

Avantageusement la granulométrie moyenne de ces agglomérats est supérieure à 600 µm et de préférence supérieure à 700 µm.

Le taux pondéral de fines de dimension inférieure à 160 µm présentes avec les agglomérats tels qu'ils résultent du procédé qui convient à leur fabrication est in-

férieur à 2 %, le plus souvent même inférieur à 1 %.

La teneur en oxygène actif de ces agglomérats de percarbonate de sodium est en général supérieure à 14 % elle est définie comme étant le pourcentage massique de la quantité d'oxygène disponible rapporté aux agglomérats de percarbonate de sodium.

Un deuxième objet de la présente invention est un procédé de fabrication continue de percarbonate de sodium sous forme d'agglomérats constitués de petits cristaux et ayant au moins une des caractéristiques décrites ci-dessus. Il est connu de fabriquer du percarbonate de sodium par réaction d'une solution ou d'une suspension de carbonate de sodium avec des solutions aqueuses de peroxyde d'hydrogène. L'ajout de sels inertes tels que le chlorure de sodium pour abaisser la solubilité du percarbonate de sodium est également connue.

Par ailleurs, on connaît des procédés de fabrication discontinue de percarbonate de sodium (BE 859 155, FR 2 368 438). On connaît également des procédés de fabrication continue de percarbonate de sodium opérant soit sous vide (FR 2 318 112) soit avec deux réacteurs en cascade (EP 496 430) et conduisant respectivement à des monocristaux et à des cristaux de percarbonate de sodium de dimension inférieure à 75 µm.

La demanderesse a maintenant découvert un procédé de fabrication continue de percarbonate de sodium basé sur la génération et l'agglomération de petits cristaux dudit percarbonate à partir d'une solution aqueuse sursaturée de percarbonate de sodium.

Ce procédé est caractérisé en ce qu'il comprend un réacteur dans lequel un lit de petits cristaux et/ou d'agglomérats de percarbonate de sodium est maintenu en suspension par un courant ascendant d'une solution aqueuse sursaturée dudit percarbonate formé par la mise en contact d'une suspension ou solution de carbonate de sodium et d'une solution aqueuse de peroxyde d'hydrogène. L'état de sursaturation de la solution aqueuse va décroître tandis qu'elle se déplace selon un mouvement ascendant continu à une vitesse telle que soit assuré un classement granulométrique d'agglomérats souhaité.

Les agglomérats de percarbonate de sodium ainsi fabriqués sont retirés de la suspension dans la partie inférieure du lit.

Au terme de son déplacement ascendant, la solution aqueuse est sursaturée en percarbonate de sodium et a une concentration en percarbonate de sodium généralement comprise entre la valeur correspondant à la solubilité du percarbonate de sodium dans le même milieu, à la même température, et environ 1,6 fois cette valeur. La solution aqueuse au terme de son déplacement ascendant a, le plus souvent, une concentration en percarbonate de sodium comprise entre environ 1 et environ 1,4 fois la valeur correspondant à la solubilité du percarbonate de sodium dans le même milieu et à la même température. La quantité de matière solide présente à ce niveau du réacteur est généralement inférieure à 150 g par litre de solution aqueuse et de préfé-

rence comprise entre environ 10 et environ 25 g par litre de solution aqueuse.

Pour former le percarbonate de sodium destiné à assurer l'état de sursaturation de la solution aqueuse sursaturée de percarbonate de sodium, on utilise des quantités de peroxyde d'hydrogène et de carbonate de sodium telles que le rapport molaire peroxyde d'hydrogène / carbonate de sodium dissous dans les eaux-mères, au terme du déplacement ascendant de la solution aqueuse sursaturée, soit supérieur à 1 et de préférence compris entre environ 1,2 et environ 1,6.

L'apport de percarbonate de sodium en solution aqueuse assurant cet état de sursaturation peut être réalisé par formation dudit percarbonate au sein même de la solution aqueuse sursaturée de percarbonate ou extérieurement à celle-ci. La formation de percarbonate de sodium au sein de la solution aqueuse sursaturée de percarbonate de sodium est particulièrement préférée et elle est réalisée par l'introduction en continue d'une solution aqueuse de peroxyde d'hydrogène et d'une suspension ou solution de carbonate de sodium, contenant éventuellement du percarbonate de sodium en solution ou suspension. De préférence on introduit la solution aqueuse de peroxyde d'hydrogène, sur le trajet ascensionnel de la solution aqueuse sursaturée de percarbonate de sodium à un niveau très proche de celui de l'introduction de la suspension ou solution de carbonate de sodium. Les introductions de la solution aqueuse du peroxyde d'hydrogène et de la suspension ou solution de carbonate de sodium peuvent également avoir lieu à plusieurs niveaux.

Avantageusement, on introduit la suspension ou solution de carbonate de sodium dans la zone comprise entre le niveau situé à la limite supérieure du soutirage des agglomérats et le niveau situé à environ mi-parcours du trajet ascendant de la solution sursaturée de percarbonate de sodium.

L'état de sursaturation de la solution aqueuse de percarbonate de sodium dans la zone d'introduction de la solution de peroxyde d'hydrogène et de la suspension ou solution de carbonate de sodium est normalement supérieur à 1,2 fois la valeur de la solubilité du percarbonate de sodium dans ce même milieu et à la même température. Il est de préférence compris entre environ 1,3 et environ 6 fois cette valeur.

La génération des cristaux et/ou des agglomérats de percarbonate de sodium peut être réalisée en présence d'agents de cristallisation. Ces agents peuvent être introduits à un ou plusieurs niveau(x) sur le trajet ascensionnel de la solution aqueuse sursaturée de percarbonate de sodium. Ces niveaux se situent de préférence dans la zone d'introduction de la solution aqueuse de peroxyde d'hydrogène et de la suspension ou solution de carbonate de sodium et/ou au dessus de cette zone. Parmi les agents de cristallisation, l'hexamétophosphate de sodium est particulièrement préféré. On utilise en général une quantité d'agents de cristallisation telle que leur concentration dans la solution aqueuse

sursaturée de percarbonate de sodium soit supérieure à 0,1 g/l et le plus souvent comprise entre environ 0,5 g/l et environ 2,7 g/l.

Des agents tensio-actifs anioniques peuvent également être utilisés pour maîtriser la cristallisation du percarbonate de sodium. Ces agents sont introduits de préférence au niveau de la zone d'introduction de la suspension ou solution de carbonate de sodium. Les agents tensio-actifs anioniques contenant au moins une fonction sulfate ou sulfonate rattachée à une chaîne hydrocarbonée sont particulièrement préférés. On utilise en général une quantité d'agents tensio-actifs telle que leur concentration dans les eaux-mères soit supérieure à 0,1 g/l et le plus souvent comprise entre environ 0,7 g/l et 1 g/l. L'oléate d'isobutyl sulfate est avantageusement choisi parmi les tensio-actifs.

Pour abaisser la solubilité du percarbonate de sodium, on peut également utiliser des agents de relargage tels que les sels de sodium. Le chlorure de sodium est particulièrement préféré. La quantité d'agents de relargage utilisée est telle que leur concentration dans les eaux-mères soit supérieure à 20 g par litre et de préférence comprise entre environ 70 g/l et environ 170 g/l.

L'introduction en continue du peroxyde d'hydrogène dans la suspension solide-liquide est assurée par une solution aqueuse de peroxyde d'hydrogène de concentration en poids comprise entre environ 35 % et environ 70 %. La solution aqueuse de peroxyde d'hydrogène peut contenir en outre du carbonate de sodium, des agents stabilisants, notamment le silicate de sodium, le sulfate de magnésium et des agents de relargage tel que le chlorure de sodium.

L'introduction en continue de carbonate de sodium dans la suspension solide-liquide est assurée par une suspension ou solution aqueuse concentrée de carbonate de sodium, dont le titre est supérieur à 10 % et de préférence compris entre environ 15 % et environ 24 %, contenant éventuellement du percarbonate de sodium en solution ou en suspension. La solution concentrée de carbonate de sodium peut être préparée par dissolution du carbonate de sodium commercial dans l'eau ou dans une partie ou la totalité de la solution retirée de la suspension solide-liquide au terme de son déplacement ascendant, à une température supérieure à 17° C. La température de dissolution est de préférence comprise entre environ 30° C et environ 70° C.

Tout type de carbonate de sodium ayant une teneur en fer (Fe) inférieure à 10 ppm peut convenir. On utilise de préférence du carbonate de sodium anhydre en provenance de chez SOLVAY ou RHONE-POULENC.

La suspension ou solution concentrée de carbonate de sodium peut contenir en outre des agents stabilisants comme notamment le silicate de sodium ou le sulfate de magnésium, des agents de relargage comme le chlorure de sodium et des agents de cristallisation comme l'hexamétophosphate de sodium.

L'état d'agitation de la suspension solide-liquide auquel participe la vitesse ascensionnelle du liquide est

assuré par un agitateur à pales ou à hélice ou en forme d'échelle de perroquet. Cette agitation doit être telle que l'état même de suspension et l'effet de classement granulométrique soient assurés et que les petits cristaux de percarbonate de sodium soient maintenus suffisamment longtemps en position de contact ou dans une proximité suffisante nécessaire à leur agglomération.

La vitesse linéaire ascensionnelle du liquide dans la partie cylindrique du réacteur, peut être réglée entre environ 2 m/h et environ 20 m/h. On utilise avantageusement une vitesse linéaire ascensionnelle comprise entre environ 3 m/h et environ 10 m/h. On entend par vitesse linéaire ascensionnelle, le rapport entre le débit de fluidisation et la section du réacteur.

La température de la suspension solide-liquide est comprise entre environ 14 et environ 20° C. Elle est réglée avec précision à l'aide d'un ou plusieurs échangeurs thermiques en parallèle. Une température de la suspension solide-liquide voisine de 17° C est particulièrement préférée et elle est avantageusement réglée à 1° C près.

Au terme du déplacement ascensionnel de la suspension solide-liquide, on peut éventuellement séparer la matière solide du liquide par des techniques classiques telles que décantation, filtration ou on mottant en oeuvre un hydrocyclone.

Une partie ou la totalité de ce liquide, séparé ou non de la matière solide, des eaux-mères résultant de la séparation des agglomérats fabriqués du liquide retiré avec eux, et éventuellement de l'eau, constituent normalement le flux liquide entrant au bas du réacteur dans lequel se forment les agglomérats selon l'invention.

Selon le procédé de la présente invention, on peut utiliser un réacteur colonne ou un réacteur de forme cylindroconique muni ou non d'une collerette sur sa partie supérieure. On utilise le plus souvent un réacteur cylindroconique et de préférence un réacteur cylindroconique muni d'une collerette.

La figure 1 illustre schématiquement un exemple de réalisation du procédé de l'invention.

Sur le schéma de la figure 1, 1 désigne un réacteur cylindroconique et 2 l'agitateur dont ce réacteur est muni; 3 et 14 désignent l'amenée dans le réacteur 1 d'une solution aqueuse de peroxyde d'hydrogène contenant les agents stabilisants, 4 et 13 celles d'une solution de carbonate de sodium contenant du silicate de sodium et éventuellement du percarbonate en solution ou suspension; 5 désigne l'amenée d'agent tensio-actif anionique dans le réacteur 1, 6 celle d'agent de cristallisation; 7 désigne la conduite par laquelle le liquide contenant éventuellement de la matière solide quitte le réacteur en fin de parcours ascensionnel; 8 désigne le réceptacle dans lequel le carbonate de sodium commercial, introduit par l'arrivée 9, est dissous dans une partie du liquide provenant de la conduite 7; 10 désigne le bac de surverse dans lequel l'autre partie du liquide provenant de la conduite 7 est retenue avant d'être introduite au bas du réacteur par la conduite 11. 12 désigne la sortie

du liquide contenant les agglomérats de percarbonate de sodium. Ces agglomérats sont ensuite isolés du liquide ou eaux-mères les renfermant par essorage à l'aide d'uneessoreuse centrifuge puis séchés dans un lit fluidisé à une température comprise entre environ 40 et environ 70° C, de préférence entre environ 50 et environ 60° C. Les eaux-mères récupérées à la sortie de l'essoreuse peuvent être réintroduites dans le bac de surverse 10.

Exemple 1

On opère selon le schéma de procédé de la figure 1.

Le réacteur cylindroconique 1 a une hauteur totale (parties cylindrique et conique) égale à 51 cm; sa partie cylindrique a une hauteur égale à 43 cm et un diamètre égal à 10 cm; il est muni d'une collerette, de 13 cm de hauteur, dans sa partie supérieure (non figurée sur le schéma) et est principalement équipé de l'agitateur 2, d'injecteurs d'introduction des solutions aqueuses de peroxyde d'hydrogène, de carbonate de sodium, d'agents tensio-actif et de cristallisation.

On amorce l'opération en introduisant 760 g de cristaux de percarbonate de sodium de densité égale à 0,75 g/cm³, préalablement préparés, dans le réacteur 1 contenant une eau-mère à (% massique):

- 7,2 % de carbonate de sodium
- 3,48 % d'une solution de peroxyde d'hydrogène à 70 %
- 7,2 % de chlorure de sodium
- 0,13 % de l'oléate d'isobutyl sulfate
- 500 ppm d'hexamétaphosphate de sodium (PROLABO RECTAPUR)
- 495 ppm de silicate de sodium
- 99 ppm de sulfate de magnésium.

On introduit ensuite en continu dans le réacteur 1, agité à 70 tours/min., par 3 et par 14, au total environ 550 cm³/h de la solution aqueuse de peroxyde d'hydrogène (titre voisin de 70 %) contenant 5 % de chlorure de sodium et 70 ppm de sulfate de magnésium,

par 4 et 13 - au total 6,1 l/h de la solution concentrée de carbonate de sodium à 17-19 % en poids, par 5 - 12,4 g/h de l'oléate d'isobutyl sulfate, par 6 - 20 cm³/h de la solution d'hexamétaphosphate de sodium à 24,7 % massique.

Au cours de l'essai on ajuste, s'il en est besoin, le débit de la solution aqueuse de peroxyde d'hydrogène de façon à assurer un rapport molaire peroxyde d'hydrogène/carbonate de sodium dissous dans les eaux-mères, au terme du déplacement ascendant de la solution aqueuse sursaturée, égal à 1,4.

La solution initiale de carbonate de sodium contient 20 % de carbonate de sodium, 7,2 % de chlorure de sodium, 800 ppm d'hexamétaphosphate de sodium et

520 ppm de silicate de sodium.

La température dans le réacteur 1 est maintenue pratiquement entre 16,5° C et 17,5° C et celle dans le récipient 8 à environ 65° C.

On soutire dans le temps du réacteur 1, par 12, les agglomérats de percarbonate de sodium fabriqués et accompagnés de l'eau-mère. Ces agglomérats sont séparés par essorage dans une centrifugeuse et ensuite séchés dans un lit fluidisé à 55° C. L'eau-mère récupérée au cours de l'essorage est renvoyée dans le bac de surverse 10.

Après la phase de mise en régime, la vitesse linéaire ascensionnelle est égale à 5 m/h dans la partie cylindrique du réacteur 1 et on soutire 40 l/h du liquide au terme de son mouvement ascensionnel.

Ces agglomérats ont une masse volumique apparente égale à 0,94 g/cm³.

La teneur en oxygène actif est de 14,6 %.

Le temps nécessaire pour dissoudre 90 % de 2 g de ces agglomérats dans un litre d'eau à 15° C est de 70 s.

La granulométrie moyenne de ces agglomérats est de 850 µm et est répartie comme suit:

- < 160 µm = 1 %
- 160 - 480 µm = 9 %
- 480 - 750 µm = 27 %
- 750 - 1020 µm = 41 %
- 1020 - 1400 µm = 21 %
- > 1400 µm = 1 %

La perte de poids après le test d'attrition suivant la norme ISO 5937 est inférieure à 1%.

Les figures 2 et 3 montrent les clichés de ces agglomérats obtenus en microscopie électronique à balayage avec un grossissement de 12 et de 50 respectivement.

Exemple 2

On opère de la même manière comme à l'exemple 1 mais avec un rapport molaire peroxyde d'hydrogène/carbonate de sodium dissous dans les eaux-mères, au terme du déplacement ascendant de la solution aqueuse sursaturée, égal à 1,3.

La masse volumique apparente des agglomérats obtenus après l'essorage est de 0,9 g/cm³ et la granulométrie moyenne est de 830 µm.

Le temps nécessaire pour dissoudre 90 % de 2 g de ces agglomérats dans un litre d'eau à 15° C est de 65 secondes.

La perte de poids après le test d'attrition ISO 5937 est inférieure à 1 %.

Exemple 3

On opère de manière identique à l'exemple 1 sauf que le débit d'alimentation du carbonate de sodium so-

lide dans le récipient 8 passe à 1000 g/h.

La masse volumique apparente des agglomérats obtenus après séchage est de 0,75 g/cm³ et la granulométrie moyenne est de 610 µm.

Le temps nécessaire pour dissoudre 90 % de 2 g de ces agglomérats dans 1 litre d'eau à 15° C est de 60 secondes.

La perte de poids après le test d'attrition ISO 5937 est inférieure à 2 %.

Revendications

1. Percarbonate de sodium constitué d'agglomérats de petits cristaux de percarbonate de sodium caractérisé en ce que :

- a) la granulométrie moyenne de ces agglomérats est supérieure à 600 µm,
- b) la masse volumique apparente de ces agglomérats est comprise entre 0,75g/cm³ et 1,1 g/cm³, et
- c) la teneur en oxygène actif est supérieure à 14 %.

2. Percarbonate de sodium selon la revendication 1 caractérisé en ce que le temps nécessaire pour dissoudre 90 % de 2 g d'agglomérats dans un litre d'eau à 15° C est inférieur à 90 secondes.

3. Percarbonate de sodium selon la revendication 2 caractérisé en ce que le temps nécessaire pour dissoudre 90 % de 2 g d'agglomérats dans un litre d'eau à 15° C est compris entre 40 et 70 secondes.

4. Percarbonate de sodium selon l'une quelconque des revendications 1 à 3 caractérisé en ce que la perte en fines, suivant le test d'attrition de la norme ISO 5937, est inférieure à 1 %.

5. Procédé de fabrication de percarbonate de sodium selon l'une quelconque des revendications 1 à 4 caractérisé en ce qu'il comprend un réacteur dans lequel un lit de petits cristaux et/ou d'agglomérats de percarbonate de sodium est maintenu en suspension par un courant ascendant d'une solution aqueuse sursaturée dudit percarbonate, formé par la mise en contact d'une suspension ou solution de carbonate de sodium et d'une solution aqueuse de peroxyde d'hydrogène, et ayant une vitesse linéaire ascensionnelle comprise entre 2 et 20 m/h.

6. Procédé selon la revendication 5 caractérisé en ce que l'état de sursaturation de la solution aqueuse sursaturée de percarbonate de sodium est assuré par du percarbonate de sodium formé avec des quantités de peroxyde d'hydrogène et de carbonate de sodium telles que le rapport molaire peroxyde

d'hydrogène / carbonate de sodium dissous dans les eaux-mères soit supérieur à 1, au terme du déplacement ascendant de la solution aqueuse sursaturée.

7. Procédé selon la revendication 6 caractérisé en ce que le rapport molaire peroxyde d'hydrogène / carbonate de sodium dissous dans les eaux-mères est compris entre 1,2 et 1,6.
8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 5 à 7 caractérisé en ce que l'apport de percarbonate de sodium assurant l'état de sursaturation de la solution aqueuse sursaturée dudit percarbonate est réalisé par l'introduction en continue d'une solution aqueuse de peroxyde d'hydrogène et d'une suspension ou solution de carbonate de sodium au sein même de ladite solution sursaturée.
9. Procédé selon la revendication 8 caractérisé en ce que la suspension ou solution de carbonate de sodium contient du percarbonate de sodium en solution ou suspension.
10. Procédé selon la revendication 8 ou 9 caractérisé en ce que la suspension ou solution de carbonate de sodium est introduit en un ou plusieurs niveaux sur le trajet ascensionnel de la solution sursaturée de percarbonate de sodium.
11. Procédé selon la revendication 10 caractérisé en ce que l'introduction de la suspension ou solution de carbonate de sodium est réalisée dans une zone comprise entre le niveau de la limite supérieure du soutirage des agglomérats formés et le niveau situé à mi-parcours du trajet ascensionnel de la solution sursaturée de percarbonate de sodium.
12. Procédé selon la revendication 10 ou 11 caractérisé en ce que la solution aqueuse de peroxyde d'hydrogène est introduite à un niveau ou plusieurs niveaux sur le trajet ascensionnel de la solution sursaturée de percarbonate de sodium très proche de celui ou ceux de la suspension ou solution de carbonate de sodium.
13. Procédé selon l'une quelconque des revendications 5 à 12 caractérisé en ce que l'état de sursaturation de la solution sursaturée de percarbonate de sodium est assuré par un agent de cristallisation.
14. Procédé selon la revendication 13 caractérisé en ce que l'agent de cristallisation est l'hoxamotaphosphate de sodium.
15. Procédé selon la revendication 13 ou 14 caractérisé en ce que l'agent de cristallisation est introduit à un niveau sur le trajet ascensionnel de la solution sur-

saturée de percarbonate de sodium, se situant au-dessus de la zone d'introduction de la solution aqueuse de peroxyde d'hydrogène.

- 5 16. Procédé selon l'une quelconque des revendications 13 à 15 caractérisé en ce que l'agent de cristallisation est introduit à un niveau sur le trajet ascensionnel de la solution sursaturée de percarbonate de sodium, se situant au-dessus de la zone d'introduction de la suspension ou solution de carbonate de sodium.
- 10 17. Procédé selon la revendication 16 caractérisé en ce que l'agent de cristallisation est introduit à un niveau sur le trajet ascensionnel de la solution aqueuse sursaturée situé dans la zone d'introduction de la solution aqueuse du peroxyde d'hydrogène et de la suspension ou solution de percarbonate de sodium.
- 15 18. Procédé selon l'une quelconque des revendications 5 à 17 caractérisé en ce que le liquide au terme du déplacement ascensionnel de la suspension solide-liquide a une concentration en percarbonate de sodium comprise entre la valeur correspondant à la solubilité dudit percarbonate dans le même milieu et à la même température et 1,4 fois cette valeur.
- 20 19. Procédé selon l'une quelconque des revendications 5 à 18 caractérisé en ce que la température de la suspension solide-liquide est comprise entre 14° C et 20° C.
- 25 20. Procédé selon la revendication 19 caractérisé en ce que la température est comprise entre 16 et 18° C.
- 30 21. Procédé selon l'une quelconque des revendications 5 à 20 caractérisé en ce que le réacteur est en forme cylindroconique muni d'une collerette dans sa partie supérieure.
- 35 40 45 50 55

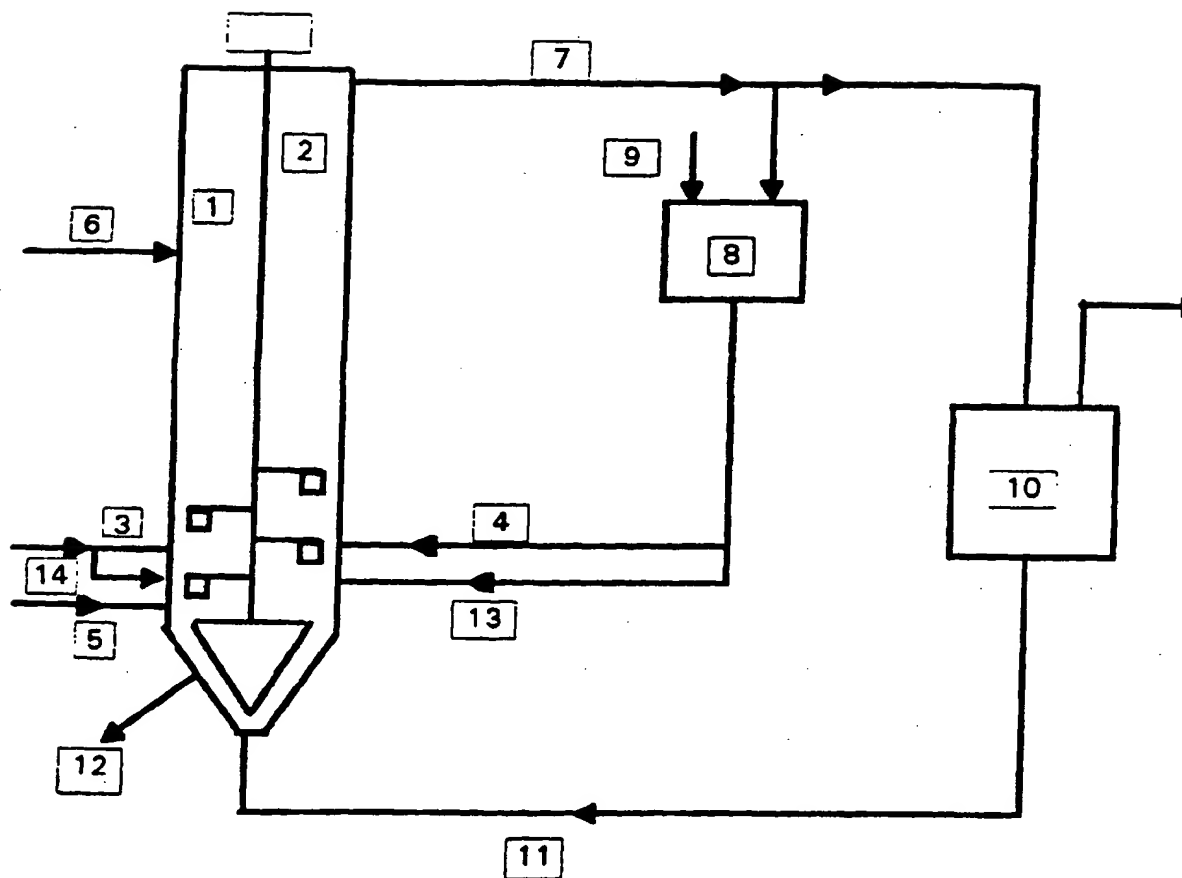


Figure 1

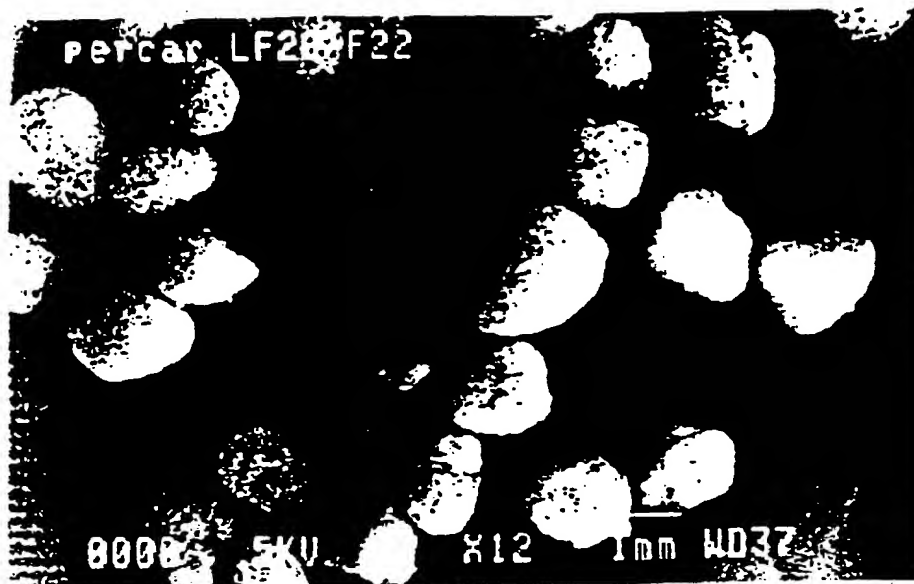


Figure 2

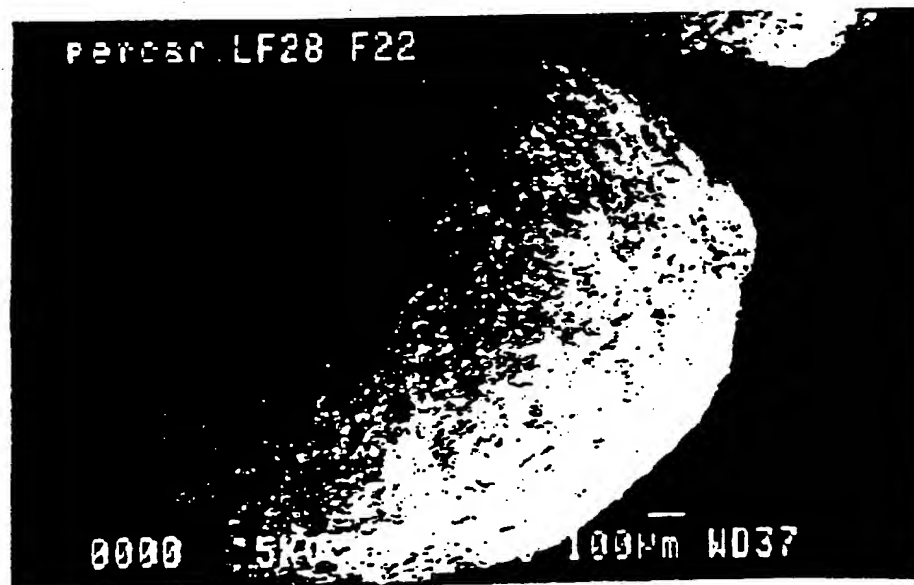


Figure 3

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 0 796 817 A3

(12)

DEMANDE DE BREVET EUROPEEN

(88) Date de publication A3:
01.10.1997 Bulletin 1997/40

(51) Int Cl.⁶: **C01B 15/10**

(43) Date de publication A2:
24.09.1997 Bulletin 1997/39

(21) Numéro de dépôt: **97400401.2**

(22) Date de dépôt: **24.02.1997**

(84) Etats contractants désignés:
AT BE CH DE DK ES FR GB GR IT LI LU NL SE

(30) Priorité: **19.03.1996 FR 9603397**

(71) Demandeur: **ELF ATOCHEM S.A.**
92800 Puteaux (FR)

(72) Inventeurs:
• **Bossoutrot, Jean-Michel**
69230 ST Genis Laval (FR)
• **Garcia, François**
69530 Brignais (FR)

(54) **Percarbonate de sodium et son procédé d'obtention**

(57) L'invention concerne un nouveau percarbonate de sodium sous forme d'agglomérats de petits cristaux.

Elle a également pour objet un procédé de fabrication continue de percarbonate de sodium en lit fluidisé.

EP 0 796 817 A3



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE EUROPEENNE

Numero de la demande
EP 97 40 0401

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int.Cl.6)
X	GB 1 469 352 A (PEROXID CHEMIE GMBH) 6 Avril 1977 * exemple 4 *	1	C01B15/10
X	US 2 986 448 A (W. H. GATES ET AL.) 30 Mai 1961 * colonne 1, ligne 43 - colonne 2, ligne 5 * * colonne 3, ligne 6 - ligne 42 * * colonne 4, ligne 55 - ligne 60 * * figure *	1,5-9	
A	FR 2 160 251 A (SOLVAY & CIE) 29 Juin 1973 * le document en entier *	1-4	
D,A	EP 0 496 430 A (CENTRAL GLASS CO LTD) 29 Juillet 1992 * page 2, ligne 55 - page 4, ligne 17 * * tableau *	1,2,4,5	
P,X	EP 0 703 190 A (SOLVAY INTEROX) 27 Mars 1996 * le document en entier *	1-10,12	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.Cl.6) C01B
Le présent rapport a été établi pour toutes les revendications			
Lieu de la recherche LA HAYE		Date d'achèvement de la recherche 17 Juillet 1997	Examinateur Van der Poel, W
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons A : membre de la même famille, document correspondant	
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire			

EPO FORM 1503 01.92 (P04/08)